

PAT-NO: JP361093603A
DOCUMENT-IDENTIFIER: **JP 61093603 A**
TITLE: MANUFACTURE OF MAGNETIC PARTICLE

PUBN-DATE: May 12, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TAKEUCHI, HIROMI	
HATTORI, MASAYUKI	
KASAI, KIYOSHI	
SAKURAI, NOBUO	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
JAPAN SYNTHETIC RUBBER CO LTD	N/A

APPL-NO: JP59214241
APPL-DATE: October 15, 1984

INT-CL (IPC): H01F001/11 , G03G009/08 , C09D005/23 , C09D011/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To facilitate the control of the amount of inclusion of magnetic powder, by mechanically mixing vinyl polymer particles, whose diameter range is $0.5 \square 300 \mu\text{m}$, and the magnetic powder, whose average diameter is less than $1/5$ the average diameter of said polymer particles under the temperature condition of the glass transition point of the polymer particles, and attaching the magnetic powder on the surface of the vinyl polymer particles.

CONSTITUTION: Vinyl polymer particles has a glass transition point of 40°C or more and a diameter range of $0.5 \square 300 \mu\text{m}$. The particles are mixed with magnetic powder, whose average diameter is less than $1/5$ the average diameter of said polymer particles, mechanically under the temperature conditions less than the glass transition point of said vinyl polymer particles. The magnetic powder is attached to the surface of the vinyl polymer particles. For example, the polymer particles comprises the copolymer of styrene/butylacrylate, whose diameters are approximately uniform, and in which about 84% of particles have the average diameter of $10 \mu\text{m}$ and the diameter range of $8 \square 12 \mu\text{m}$. Said particles are mixed with magnetite, which corresponds to 40% of said polymer particles and has the average diameter of $0.5 \mu\text{m}$, by using an automatic mortar. The mixing is carried out for 60min at a temperature of 25°C , and the magnetic particles are obtained.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-93603

⑤Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	⑬公開 昭和61年(1986)5月12日
H 01 F 1/11		7354-5E	
G 03 G 9/08	1 0 1	7381-2H	
// C 09 D 5/23		6516-4J	
11/00		6770-4J	審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑭発明の名称 磁性粒子の製造方法

⑰特 願 昭59-214241

⑱出 願 昭59(1984)10月15日

⑲発 明 者	竹 内 博 美	東京都中央区築地2丁目11番24号	日本合成ゴム株式会社 内
⑲発 明 者	服 部 雅 幸	東京都中央区築地2丁目11番24号	日本合成ゴム株式会社 内
⑲発 明 者	笠 井 澄	東京都中央区築地2丁目11番24号	日本合成ゴム株式会社 内
⑲発 明 者	桜 井 信 夫	東京都中央区築地2丁目11番24号	日本合成ゴム株式会社 内
⑲出 願 人	日本合成ゴム株式会社	東京都中央区築地2丁目11番24号	
⑲代 理 人	弁理士 大井 正彦		

明 細 書

1. 発明の名称 磁性粒子の製造方法

2. 特許請求の範囲

1) ガラス転移点が40℃以上でありかつ粒径範囲が0.5~300μmであるビニル系ポリマー粒子と、このポリマー粒子の平均粒径の1/5以下の平均粒径を有する磁性粉とを、前記ビニル系ポリマー粒子のガラス転移点以下の温度条件下において機械的に混合し、ビニル系ポリマー粒子の表面に磁性粉を付着せしめることを特徴とする磁性粒子の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、電子写真等における静電荷像現像用の磁性トナーをはじめとする多く分野において利用することのできる磁性粒子の製造方法に関するものである。

〔従来の技術〕

磁性粒子は電子写真、静電印刷等において用いられる静電荷像現像用の磁性トナー、塗料、イン

キ、イオン交換樹脂、樹脂成型品、生物学的担体、固定化酵素担体、免疫血清学的診断薬担体、医薬投与担体などの多くの分野において用いられている。

従来、磁性粒子の製造方法として提唱された、あるいは行なわれてきた代表的な方法としては、磁性粉を粘着性樹脂および用途に応じて必要とされる種々の添加剤と共にニーダー等で熔融混練し、冷却後ジョー クラツシャー等で粗粉碎し、さらにジェットミル等で微粉碎し、分級後に必要に応じて球状化処理を行なつて磁性粒子を得る方法がある。

しかし、この方法では、磁性粉および添加剤を粘着性樹脂中に均一に分散させることは極めて困難であり、このような磁性粉等の分散状態の不均一から生ずる問題点として、磁気特性のむらおよび電気的特性のむらが挙げられる。また、この粉碎法においては、多数の工程を必要とすることから製造が容易でなく、しかも多大の労力ならびにエネルギーを要する。

これらの粉砕法によつて製造された磁性粒子に対して、例えば特開昭54-84730号公報、特開昭54-84731号公報、特開昭57-53756号公報、特開昭57-81271号公報、特開昭58-7646号公報および特開昭58-80650号公報に記載されているように、懸濁重合法により磁性粒子を製造する方法が提案されている。これらは重合性単量体、重合開始剤、磁性粉等の混合物を水中に懸濁して重合し、直接磁性粒子を製造するものである。これらの懸濁重合法においては、磁性粉を粒子内部に含む球形の磁性粒子を得ることができるが、一般に、磁性粉の含有量をコントロールすることが困難であるという欠点がある。

また、粒子が球状であり、粒径の揃つた磁性粒子を得る方法としては、PCT公開特許WO83/03920号公報に開示されているものがある。

この方法においては、まずはじめに単分散なシート粒子中に油溶性開始剤を吸収させた後、シクロヘキサノール、トルエンなど不活性溶剤と架橋性モノマーを吸収させて重合し、多孔質な単分散

圧力定着性などの特性を満足することができないという問題を生ずる。

[発明が解決しようとする問題点]

本発明は新規な磁性粒子の製造方法であり、その目的は、従来の粉砕法、懸濁重合法などの有する、製造工程数が多いこと、磁性粉の含有量のコントロールが困難であること、等の欠点を解消し、磁性粒子をきわめて簡易なプロセスによつて得ることができ、しかも磁性粒子における磁性粉の含有量のコントロールを容易に行なうことの可能な磁性粒子の製造方法を提供することにある。

[問題点を解決するための手段]

本発明の特徴とするところは、ガラス転移点が40℃以上でありかつ粒径範囲が0.5~300μmであるビニル系ポリマー粒子と、このポリマー粒子の平均粒径の1/5以下の平均粒径を有する磁性粉とを、前記ビニル系ポリマー粒子のガラス転移点以下の温度条件下において機械的に混合し、ビニル系ポリマー粒子の表面に磁性粉を付着せしめる点にある。

粒子を得る。この時、官能基をもつた重合性単量体を共重合させたり、後に多孔質ポリマー粒子をニトロ化したりしてポリマー中に鉄と結合しやすい官能基を付与する。このポリマー粒子を、次いで2価の鉄または他の金属の塩と3価の鉄塩を含有する水溶液中に分散させ、PHを上げて金属を水酸化物の形で析出させてポリマー粒子表面及び内部に吸着させ、必要があれば加熱して磁性ラテックスを製造する。

この方法により、1~204mの範囲の大きさで極めて粒径の揃つた、しかも細かい磁性体がポリマー粒子中に均一に分散している磁性ポリマー粒子が得られる。

この方法ではポリマー粒子中の磁性体の含有量を増すために該ポリマー粒子を多孔質にしているが、多孔質にするためには極めて多量の架橋剤を用いることが必要である。そのために、この方法により得られる磁性ポリマー粒子は軟化点が高くなり、この磁性ポリマー粒子を例えば電子写真等における静電荷像現像用の磁性トナーとして用いると、トナーとして要求される熱定着性あるいは

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明においては、特定のガラス転移点ならびに粒径を有するビニル系ポリマー粒子と、このポリマー粒子の平均粒径の1/5以下の平均粒径を有する磁性粉とを、乾式下(空气中、窒素雰囲気中など)あるいは湿式下(水中など)において、粒子を構成するポリマーの系全体の温度を前記ポリマーのガラス転移点より低く保持しながら機械的に摩擦・混合することによつて、磁性粉をポリマー粒子の表面に付着させ磁性粒子を形成する。ここにおいて、ポリマー粒子と磁性粉との比率は、組合せるポリマー粒子と磁性粉の大きさ、あるいは磁性粒子において必要とされる磁気特性等により異なるが、通常ポリマー粒子100重量部に対し、磁性粉を20~80重量部用いる。

前記ビニル系ポリマー粒子の製造に用いることのできるビニル単量体としては、スチレン、α-メチルスチレン、p-メチルスチレン、ハロゲン化スチレン、ジビニルベンゼン等の芳香族ビニル単量体、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビ

ニルエステル類、アクリロニトリルなどの不飽和ニトリル、メチルアクリレート、メチルメタクリレート、エチルアクリレート、エチルメタクリレート、ブチルアクリレート、ブチルメタクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、ラウリルアクリレート、ラウリルメタクリレート、エチレングリコールジアクリレート、エチレングリコールジメタクリレートなどのエチレン性不飽和カルボン酸アルキルエステルなどを例示することができる。また、ブタジエン、イソブレンなどの共役ジオレフィンなども使用することができる。そのほかにもアクリルアミド、メタクリルアミド、グリンジルアクリレート、グリンジルメタクリレート、N-メチロールアクリルアミド、N-メチロールメタクリルアミド、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレートなど、ジアリルフタレート、アリルアクリレート、アリルメタクリレートなどを目的に応じて使用することもできる。

ポリマー粒子の粒径が300 μ mを超えると、該粒子が摩擦混合時に破砕されてしまい、球状の磁性粒子を得ることができないという問題を生ずる。

前記磁性粉の材質は特に制限されるものではないが、磁気特性、量産性、コスト、取扱い性、色相などの観点からマグネタイト Fe_3O_4 が好ましい。その他、マグヘマイト $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ あるいは一般にフェライトの名で総称される $\text{MO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Mは、二価の陽イオンで、Mn、Co、Fe、Ni、Zn などである。)を用いることができる。磁性粉は、ポリマー粒子の平均粒径の1/5以下の平均粒径を有することが必要とされる。この範囲を越える粒径の磁性粉を用いると、該磁性粉がポリマー粒子の表面に均一に分布した状態で付着せず、その結果得られる磁性粒子が表面の凹凸の著しいものとなり、好ましくない。また、磁性粉は、その形状が球形あるいは球形に近いものがよく、長軸/短軸の値が2~3以内であるものが好ましい。

本発明においては、既述のビニル系ポリマー粒子と磁性粉とを、単に機械的に混合することによ

前記ビニル系ポリマー粒子は、上述のようなビニル単量体を、通常用いられる懸濁重合あるいは乳化重合によつて重合することにより容易に製造することができる。また、特公昭57-24369号公報に開示されている膨潤重合法を採用することもでき、この方法によれば粒径の均一な磁性粒子を得ることが可能となり、その点で有利である。

このようにして得られるビニル系ポリマー粒子は、ポリマーのガラス転移点が40℃以上であることを要する。ポリマーのガラス転移点が40℃に満たない場合は、ポリマー粒子と磁性粉との機械的な摩擦混合が円滑に行なわれにくく、またかりに混合を行なつたとしても、ポリマー粒子が潰れて相互に融着し、いわゆるブロッキングを生ずることとなり、好ましくない。

また、このビニル系ポリマー粒子は、その粒径が0.5~300 μ m、好ましくは1~70 μ mの範囲内にあることを要する。ポリマー粒子の粒径が0.5 μ mに満たない場合には、摩擦混合時におけるポリマー粒子粉の流動性が低下して作業性が悪化し、

り、ビニル系ポリマー粒子の表面に磁性粉が付着してなる磁性粒子を得ることができ、そして、磁性粒子を確実に良好な状態で得るためには、混合温度、混合時間等を適宜設定する必要がある。

混合操作は、空気あるいは窒素などの気体中で行う乾式混合、もしくは水などの液体の存在下において行う湿式混合のいずれであつてもよいが、水を用いた湿式混合においては、ビニル系ポリマー粒子として、その表面が疎水性を有するものを用いることが好ましい。

混合は、系全体の巨視的溫度が、ビニル系ポリマー粒子を構成するポリマーのガラス転移点を越えない範囲で行なわれることを要し、通常、室温下において行なわれる。混合系の溫度がビニル系ポリマー粒子におけるポリマーのガラス転移点を越えるような場合には、系を冷却する必要がある。

乾式混合においては、乳鉢、自動乳鉢、V型タンブラー、ヘンシェルミキサーなどを用いることができ、湿式混合においては、湿式ミル、湿式サンドミル、湿式コーレスミキサーなどを用いるこ

とができる。これらの混合装置の材質としては、陶磁器、ステンレス、大理石等を使用できるが、混合時に受ける衝撃により傷つくようなものであつてはならない。

混合時間は、用いる混合装置、被混合体であるビニル系ポリマー粒子および磁性粉の粒径等によつて異なる。例えば、混合装置として乳鉢あるいは自動乳鉢を用いる場合には、混合時間は通常30～120分程度とするのが好ましい。混合時間が短かすぎると、ビニル系ポリマー粒子と磁性粉との結合が不十分となり、混合時間が長すぎると、ビニル系ポリマー粒子に変形が生ずることがあり、いずれにしても好ましくない。また、混合装置としてボールミルを用いる場合には、混合時間は2～24時間程度とするのが好ましい。

混合操作が終了した段階において、ビニル系ポリマー粒子に付着しない磁性粉がある場合には、磁性粒子と磁性粉とをたとえば水平流形重力分級装置で分別して磁性粒子のみを取り出し、残つた磁性粉は再度利用するようにしてもよい。

るためには乾式混合が好ましい。乾式混合によつてビニル系ポリマー粒子の表面に磁性粉を付着させた後さらに混合を続けると、ビニル系ポリマー粒子と磁性粉とは強固に結合し、これをたとえば水中に分散しても磁性粉がビニル系ポリマー粒子より離脱することがない。

本発明においては、磁性粒子の改質のため、例えば既述のビニル系ポリマー粒子あるいは磁性粉を種々の薬剤によつて表面処理することができ、また磁性粒子の用途などに応じて種々の添加剤を加えて混合操作を行なうことができる。

例えば、ビニル系ポリマー粒子と磁性粉との化学的結合をより確実にするために、ビニル系ポリマー粒子の表面をあらかじめシランカップリング剤などによつて被覆処理することが好ましい。

また、本発明によつて得られる磁性粒子を電子写真等における静電荷像現像用の磁性トナーとして用いる場合には、ビニル系ポリマー粒子と磁性粉との混合時にカーボンブラックあるいは青、赤、黄、緑等の有彩色顔料などを加えることもできる。

本発明において、混合によつてビニル系ポリマー粒子の表面に磁性粉が付着して脱離しなくなるこのメカニズムは必ずしも明らかではないが、本発明は、一般に固体や粉体に機械的エネルギーを加え、いわゆるメカノケミカル現象を誘起させると、固体に付着した粉体は脱離されにくくなるという現象を利用したものである。このメカニズムは、まず固体（ビニル系ポリマー粒子）と粉末（磁性粉）とが摩擦により生ずる静電気によつて密着し、その後局所的に生ずる摩擦熱によつてポリマー粒子の表面の一部が瞬間的に軟化ないしは熔融した状態となる結果、両者が強固に接合するものと考えられる。そのために、用いるポリマー粒子は熱可塑性のものであることが好ましいが、磁性粉がポリマー粒子表面の凹凸にはめこまれる状態で付着する場合には、該ポリマー粒子が熱可塑性のものである必要はない。ビニル系ポリマー粒子と磁性粉とを湿式混合あるいは乾式混合することにより、該ポリマー粒子の表面に磁性粉が付着することとなるが、静電気による付着を利用す

ただし、有彩色顔料を加えてカラートナーとする場合には、これら顔料の呈色性を阻害しないように、磁性粉として γ -酸化鉄のような淡色のものを用いることが必要である。

【実施例】

以下、本発明の実施例について述べるが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、「部」は重量部を表わす。

実施例 1

平均粒径が $10\mu\text{m}$ で、 $8\mu\text{m}$ ～ $12\mu\text{m}$ の範囲の粒径を有する粒子が約84%存在する粒径がほぼ均一な、スチレン/ブチルアクリレート共重合体（重合比83/17）よりなるポリマー粒子（ガラス転移点： 60°C ）と、このポリマー粒子の40%に相当する平均粒径が $0.5\mu\text{m}$ のマグネタイト「EPT1000」（戸田工業㈱製）とを自動乳鉢（日陶科学社製）を用い、温度 25°C で60分間混合して磁性粒子を得た。そして、ポリマー粒子に未吸着のマグネタイトを分取したところ、このマグネタイトの量は用いたマグネタイト全量の3%以下で

あつた。

このようにして得られた磁性粒子について、その状態ならびにポリマー粒子に対する磁性粉の結合強度などを知るために、以下の実験を行なつた。

(a) 磁性粒子を走査型電子顕微鏡によつて観察したところ、この磁性粒子は、ポリマー粒子の表面のほぼ全体が磁性粉によつて覆われた状態であることが確認された。この顕微鏡写真(倍率2000倍)を第1図に示す。

(b) 磁性粒子の粒径分布を粒度分布測定器「コーンターカウンタータイプⅡ型」(コーンター社製)を用いて、 $0.2 \sim 80 \mu\text{m}$ の範囲について測定をしたところ、 $10 \sim 12 \mu\text{m}$ の範囲に単一のピークが得られた。これより未吸着のマグネタイトはほとんど存在しないことがわかつた。

(c) 磁性粒子10gを水200gに入れ、ホモミキサーを用いて回転数5000r.p.mで5分間にわたつて攪拌を行なつた。この後、水を分離し上記(b)と同様にして粒径分布を測定したところ、 $10 \sim 12 \mu\text{m}$ の範囲に単一のピークが得られた。この

ことから、攪拌によるマグネタイトのポリマー粒子からの分離は、ほとんど生じなかつたことがわかつた。

(d) 上記(c)において、水200gの代りにドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを5%含む水200gを用いて、同様に実験を行なつた。結果は上記(c)の場合と同じであり、マグネタイトのポリマー粒子からの分離は認められなかつた。

(e) 磁性粒子1.0gをトルエン100ml中に入れ、室温で24時間放置後、回転数4000r.p.mで10分間にわたつて遠心分離し、その結果沈降した成分を採取して乾燥させ、0.340gの固形成分を得た。(なお、磁性粒子中におけるマグネタイトの理論量は28.6%である。)この固形成分をマッフル炉中で、温度700℃で8時間にわたつて加熱して灰化させたところ、18%の重量減があつた。この重量減に相当する成分はポリマー成分であり、このことからポリマーの一部はマグネタイトと強固に結合していることが判明した。

実施例 2

平均粒径が $4 \mu\text{m}$ で、粒径がほぼ均一な、スチレンよりなるポリマー粒子(ガラス転移点: 100°C)と、このポリマー粒子の70%に相当する平均粒径が $0.3 \mu\text{m}$ のマグネタイト「EPT500」(戸田工業製)とを湿式のボールミルによつて17時間混合した。このときの混合温度は 29°C であつた。

この結果、マグネタイトがポリマー粒子の表面を完全に覆つた状態の磁性粒子が得られた。

実施例 3

平均粒径が $16 \mu\text{m}$ で、 $15 \sim 17 \mu\text{m}$ の範囲の粒径を有する粒子が90%以上存在する粒径の均一な、スチレン/メチルメタクリレート/4-ビニルビリジン共重合体(重量比40/40/20)よりなるポリマー粒子(ガラス転移点: 95°C)と、このポリマー粒子の30%に相当する平均粒径が $0.1 \mu\text{m}$ のマグヘタイトとを自動乳鉢を用い、温度 34°C で40分間混合した。その結果、マグヘタイトがポリマー粒子の表面を完全に覆つた状態の

磁性粒子が得られた。

実施例 4

実施例1で用いたポリマー粒子と、このポリマー粒子の30%に相当するフェライトと、ポリマー粒子の10%に相当するカーボンブラックとをヘンシェルミキサーを用い、温度 25°C で30分間混合した。その結果、黒色度の高い、色相の優れた磁性粒子が得られた。

実施例 5

平均粒径が $5 \mu\text{m}$ で、 $1 \sim 12 \mu\text{m}$ の範囲の粒径を有する粒子が約90%存在する粒径分布の比較的広い、親水性ポリマーを含有するポリマー粒子(組成: 2-エチルヘキシルアクリレート10%、エチレングリコールジメタクリレート2%、ヒドロキシエチルメタクリレート5%、スチレン83% ガラス転移点: 65°C)と、ポリマー粒子の75%に相当するマグネタイトとを自動乳鉢を用い、温度 32°C で60分間混合した。その結果、優れた特性の磁性粒子が得られた。

比較例 1

実施例 2 におけるポリマー粒子のかわりに、これと同じ材質で平均粒径が $400\mu\text{m}$ のポリマー粒子を調製して用いたほかは、実施例 2 と同様の操作を行なつて磁性粒子を得た。この磁性粒子は、ポリマー粒子が混合中に破碎されて生じた微細な磁性粒子片を多量に含有するものであつた。

このことから、ポリマー粒子の粒径が過大であると、ポリマー粒子と磁性粉との混合中に該ポリマー粒子が機械的衝撃によつて割れやすく、所期の粒径分布を有する球形の磁性粒子を形成することが困難であることが確認された。

比較例 2

実施例 1 におけるポリマー粒子のかわりに、ガラス転移点が 38°C のステレン/ブチルアクリレート共重合体（重合比 $72/28$ ）よりなるポリマー粒子を用いたほかは、実施例 1 と同様の操作を行なつて磁性粒子を得た。この磁性粒子は、ブロッキングがはなはだしく、実用に供し得ないものであつた。

量の磁性粉がポリマー粒子の表面に付着することなく残存した。

このことから、磁性粉の粒径がポリマー粒子の粒径に比して過大であると、両者の混合による結着が不十分となり、磁性粉が所期の分布状態でポリマー粒子表面に付着してなる磁性粒子を形成することが困難であることが確認された。

〔発明の効果〕

本発明は、実施例の説明からも明らかなように、特定のビニル系ポリマー粒子と磁性粉とを混合する簡易なプロセスにより、ビニル系ポリマー粒子の表面に磁性粉が強固に付着してなる磁性粒子を容易に製造することができ、きわめて実用性が高い。

さらに、本発明は、ビニル系ポリマー粒子と磁性粉との混合比を調整することにより、ビニル系ポリマー粒子の表面に付着する磁性粉の量をコントロールすることが可能となり、したがつて所期の磁気特性を有する磁性粒子を容易に製造することができる利点を有する。

このことから、ポリマー粒子におけるポリマーのガラス転移点が過小であると、このガラス転移点より低い温度条件下において混合操作を行なつたとしても、ポリマー粒子同志の融着を防止することが困難であることが確認された。

比較例 3

実施例 1 における混合温度を 80°C としたほかは、実施例 1 と同様にして磁性粒子を得た。この磁性粒子は変形ならびにブロッキングの発生が著しく、実用に供し得ないものであつた。

このことから、混合温度がポリマー粒子におけるポリマーのガラス転移点より高いと、混合操作中におけるポリマー粒子の変形あるいはポリマー粒子同志の融着を防止することが困難であることが確認された。

比較例 4

実施例 1 における磁性粉のかわりに、これと同様の材質で平均粒径が $2.2\mu\text{m}$ のものを用いたほかは、実施例 1 と同様にして磁性粒子を得た。この磁性粒子はその表面が粗い状態にあり、しかも多

本発明の製造方法によつて得られた磁性粒子は多く分野において利用することができ、例えば、電子写真、静電印刷等における静電荷像現像用の磁性トナー、塗料、インキ、イオン交換樹脂、樹脂成形品、液晶スペーサ、バイオ粒子、磁性ゲル化剤、触媒の担持体、吸着剤、クロマト充填剤等に用いることができる。

4 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明の製造方法によつて得られた磁性粒子の走査型電子顕微鏡写真である。

代理人 弁理士 大 井 正 彦



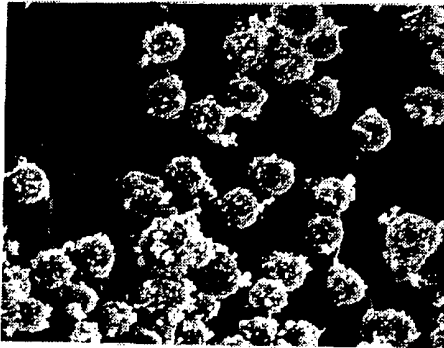
特開昭61- 93603 (7)

手続補正書(自発)

昭和60年10月9日

特許庁長官 宇賀 道 郎 殿

第 / 図



(×2000)

1. 事件の表示

特願昭59- 214241号

2. 発明の名称

磁性粒子の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 東京都中央区築地二丁目11番24号

名 称 (417) 日本合成ゴム株式会社

4. 代 理 人

住 所 ①110 東京都台東区谷中3丁目23番3号
岡野ビル

氏 名 (7875) 井理士 大 井 正 彦
電話 824-2041

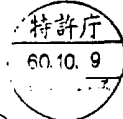


5. 補正の対象

(1) 明細書の発明の詳細な説明の欄

(2) 明細書の図面の簡単な説明の欄

(3) 図面の第2図



方式
審査



6. 補正の内容

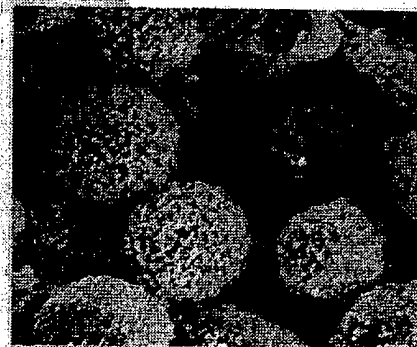
(1) 明細書第17頁第10行と第11行の間に以下の文章を加入する。

「この磁性粒子の走査型電子顕微鏡写真(倍率7500倍)を第2図に示す。」

(2) 明細書第22頁第9行の「第1図」を「第1図および第2図」に訂正する。

(3) 別紙第2図を補充する。

第 2 図



(×7500)